

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-075994

(43)Date of publication of application : 11.03.2004

(51)Int.Cl.

C08L 77/06

C08K 3/22

C08K 5/00

C08K 7/00

(21)Application number : 2003-174765

(71)Applicant : KURARAY CO LTD

(22)Date of filing : 19.06.2003

(72)Inventor : OKA HIDEAKI  
MATSUOKA HIDEJI  
KUKI TORU

(30)Priority

Priority number : 2002181283 Priority date : 21.06.2002 Priority country : JP

## (54) POLYAMIDE COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polyamide composition having heat resistance of withstanding an SMT (surface mount technology) process and capable of giving a molded product which has high whiteness and high surface reflectivity.

SOLUTION: This polyamide composition contains (A) a polyamide in an amount of 100 pts.wt. and (B) titanium dioxide in an amount of 5-100 pts.wt., wherein the polyamide (A) is composed of dicarboxylic acid units containing 60-100 mol% of terephthalic acid units and diamine units containing 60-100 mol% of 1,9-nonanediamine units and/or 2-methyl-1,8-octanediamine units, and the titanium dioxide (B) has an average particle diameter of 0.1-0.5  $\mu\text{m}$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

05.10.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-75994

(P2004-75994A)

(43) 公開日 平成16年3月11日(2004.3.11)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
CO8L 77/06	CO8L 77/06	4J002
CO8K 3/22	CO8K 3/22	
CO8K 5/00	CO8K 5/00	
CO8K 7/00	CO8K 7/00	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2003-174765 (P2003-174765)	(71) 出願人	000001085
(22) 出願日	平成15年6月19日 (2003.6.19)		株式会社クラレ
(31) 優先権主張番号	特願2002-181283 (P2002-181283)		岡山県倉敷市酒津1621番地
(32) 優先日	平成14年6月21日 (2002.6.21)	(72) 発明者	岡 秀明
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		岡山県岡山市藤崎97番地
		(72) 発明者	松岡 秀治
			茨城県つくば市御幸が丘41番地 株式会
			社クラレ内
		(72) 発明者	九鬼 徹
			茨城県つくば市御幸が丘41番地 株式会
			社クラレ内
		Fターム (参考)	4J002 CF182 CL031 CL062 DA017 DE107
			DE136 DE187 DE237 DK007 DL007
			EE038 ET008 EU178 FA042 FA047
			FA067 FD048 GQ00

(54) 【発明の名称】 ポリアミド組成物

## (57) 【要約】

【課題】 SMTプロセスに耐える耐熱性を有し、白色度が高く、表面反射率が高い成形品を与えるポリアミド組成物を提供すること。

【解決手段】 テレフタル酸単位を60～100モル%含有するジカルボン酸単位と1,9-ノナンジアミン単位および/または2-メチル-1,8-オクタンジアミン単位を60～100モル%含有するジアミン単位とからなるポリアミド(A) 100重量部、および平均粒径が0.1～0.5 μmの酸化チタン(B) 5～100重量部を含有してなるポリアミド組成物。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

テレフタル酸単位を 60～100 モル % 含有するジカルボン酸単位と 1, 9-ノナンジアミン単位および／または 2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位を 60～100 モル % 含有するジアミン単位とからなるポリアミド (A) 100 重量部、および平均粒径が 0.1～0.5  $\mu\text{m}$  の酸化チタン (B) 5～100 重量部を含有してなるポリアミド組成物。

## 【請求項 2】

さらに、繊維状充填剤および針状充填剤からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の強化剤 (C) を、ポリアミド (A) 100 重量部に対して、20～100 重量部の割合で含有する請求項 1 記載のポリアミド組成物。

10

## 【請求項 3】

さらに、光安定剤 (D) を、ポリアミド (A) 100 重量部に対して 2 重量部以下の割合で含有する請求項 1 または 2 に記載のポリアミド組成物。

## 【請求項 4】

請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載のポリアミド組成物からなる成形品。

## 【請求項 5】

白色度が 92 以上である請求項 4 の成形品。

## 【請求項 6】

リフレクタである請求項 4 または 5 の成形品。

20

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、白色度が高く、表面反射率が高い成形品を与えるポリアミド組成物に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

近年、LED (発光ダイオード)、有機 EL などの新しい光源が、低電力、高寿命などのメリットを活かして、照明、表示素子などとして需要を拡大しつつある。特に LED は、携帯電話などの移動通信機器、ディスプレイ、自動車コンソールパネル、信号器、その他の家電用品など種々の用途に使用されている。このような電気電子機器製品においては、意匠性、携帯性等の要求のために、ますます軽薄短小化が進んでいる。

30

このような軽薄短小化を実現するための鍵となる技術として、SMT (表面実装技術) が普及し、多くの電気電子機器製品に使用されている。これにより電子基板の実装密度が飛躍的に向上し、従来では実現できなかったような軽薄短小化が達成されている。

## 【0003】

SMT が適用される場合には、電子基板上に実装された部品全体を加熱・ハンダ付けするために、ハンダ付けの温度 (約 240℃) に耐えられる材料でなければ使用できない。さらに、近年では環境問題からハンダの鉛フリー化が進んでおり、錫-銀アロイ等が使用されるようになってきた。このような鉛フリーハンダは従来の鉛ハンダに比較して融点が高く、ハンダ付けの温度がさらに高くなっている (約 260℃)。一般的に、このような用途に使用できる材料としては、LCP (液晶性ポリマー)、PPS (ポリフェニレンサルファイド)、耐熱ポリアミドなどの限られた樹脂になる。

40

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

LED においても例外ではなく、SMT に耐える耐熱性が要求されている。LED は一般に、発光する半導体部、リード線、ハウジングを兼ねたリフレクタ、半導体を封止する透明な封止剤から構成されている。このうち、リフレクタ部分についてはセラミックや耐熱プラスチックなど種々の材料で製品化されているが、セラミックでは生産性が、耐熱プラスチックでは射出成形工程、封止剤の熱硬化工程や実際の使用環境下において、変色による光反射率の低下が問題とされている。

50

## 【0005】

本発明者らは、SMTに耐える耐熱性を有する材料として、半芳香族ポリアミドをベースとした材料について種々の特許出願を行ってきた。例えば、特開平7-228776号公報には、耐熱性に優れるとともに、力学強度、靱性、低吸水性、耐薬品性、耐熱水性、軽量性、成形性に優れた組成物として、テレフタル酸を主体とするジカルボン酸成分と1,9-ノナンジアミンを主体とするジアミン成分とからなるポリアミド100重量部と、(i)平均粒径が0.1 $\mu$ m~200 $\mu$ mの範囲にあり、シリカ、シリカアルミナ、アルミナ、タルク、グラファイト、二酸化チタン、二硫化モリブデン、ポリテトラフロオロエチレンから選ばれる充填剤、または(ii)平均長が0.1~200mmの範囲にあり、全芳香族ポリアミド繊維、ガラス繊維、カーボン繊維、ホウ素繊維から選ばれる繊維状充填剤の0.5~200重量部からなる組成物が記載されている。また、特開2000-204244号公報には、吸湿時の耐熱性、寸法安定性、表面平滑性に優れるとともに、表面外観が美麗である成形品を与えるポリアミド組成物として、テレフタル酸を主体とするジカルボン酸成分と炭素数が6~18の脂肪族アルキレンジアミンを主体とするジアミン成分とからなるポリアミド100重量部に、平均粒径が2 $\mu$ m以下の無機充填剤0.1~120重量部配合してなる組成物が記載されている。

一方、特開平3-72765号公報には、固有粘度が0.5~3dl/g、融点が280℃以上の半芳香族ポリアミド100重量部と、シリカ、シリカアルミナ、アルミナ、二酸化チタン、タルク、酸化亜鉛等の、平均粒径が0.1~200 $\mu$ m、好ましくは1~100 $\mu$ mの白色顔料0.1~5重量部からなる、赤外線リフロープロセスに適したポリアミド組成物が記載されている。

しかし、これらの組成物を以ってしても、上記したリフレクタの製造に適したものとするためには、さらなる性能の向上、具体的には、ポリアミド組成物から得られる成形品の表面反射率の改良が必要であることが分かった。

## 【0006】

しかして、本発明の目的は、SMTプロセスに耐える耐熱性を有し、優れた表面反射率を有する成形品を与えるポリアミド組成物を提供することにある。

## 【0007】

## 【課題を解決するための手段】

本発明によれば、上記の課題は、テレフタル酸単位を60~100モル%含有するジカルボン酸単位と1,9-ノナンジアミン単位および/または2-メチル-1,8-オクタンジアミン単位を60~100モル%含有するジアミン単位とからなるポリアミド(A)100重量部、および平均粒径が0.1~0.5 $\mu$ mの酸化チタン(B)5~100重量部を含有してなるポリアミド組成物を提供することによって達成される。

## 【0008】

## 【発明の実施の形態】

本発明で使用するポリアミド(A)を構成するジカルボン酸単位(a)は、テレフタル酸単位を60~100モル%含有する。ジカルボン酸単位(a)におけるテレフタル酸単位の含有率が60モル%未満の場合には、得られるポリアミド組成物の耐熱性が低下する。ジカルボン酸単位(a)におけるテレフタル酸単位の含有率は、75~100モル%の範囲内であることが好ましく、90~100モル%の範囲内であることがより好ましい。

## 【0009】

ジカルボン酸単位(a)は、40モル%以下であれば、テレフタル酸単位以外の他のジカルボン酸単位を含んでいてもよい。かかる他のジカルボン酸単位としては、マロン酸、ジメチルマロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、2-メチルアジピン酸、トリメチルアジピン酸、ピメリン酸、2,2-ジメチルグルタル酸、3,3-ジエチルコハク酸、アゼライン酸、セバシン酸、スベリン酸等の脂肪族ジカルボン酸；1,3-シクロペンタンジカルボン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸等の脂環式ジカルボン酸；イソフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、2,7-ナフタレンジカルボン酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、1,4-フェニレンジオキシジ酢酸、1,3-フェニレンジオ

キシジ酢酸、ジフェン酸、4, 4'-オキシジ安息香酸、ジフェニルメタン-4, 4'-ジカルボン酸、ジフェニルスルホン-4, 4'-ジカルボン酸、4, 4'-ビフェニルジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸から誘導される単位を挙げることができ、これらのうち1種または2種以上を用いることができる。これらのなかでも芳香族ジカルボン酸から誘導される単位が好ましい。ジカルボン酸単位(a)におけるこれらの他のジカルボン酸単位の含有率は、25モル%以下であることが好ましく、10モル%以下であることがより好ましい。さらに、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸などの多価カルボン酸から誘導される単位を、熔融成形が可能な範囲内で含んでいてもよい。

#### 【0010】

本発明で使用するポリアミド(A)を構成するジアミン単位(b)は、1, 9-ノナンジアミン単位および/または2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位を60~100モル%含有する。1, 9-ノナンジアミン単位および/または2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位の含有率が60モル%未満の場合には、得られるポリアミド組成物の耐熱性、低吸水性、耐薬品性などの諸物性が低下する。1, 9-ノナンジアミン単位および/または2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位の含有率は、75~100モル%の範囲内であることが好ましく、90~100モル%の範囲内であることがより好ましい。

10

#### 【0011】

1, 9-ノナンジアミン単位と2-メチル-1, 8-オクタンジアミン単位のモル比は、前者/後者=100/0~20/80の範囲内であることが好ましく、前者/後者=100/0~60/40の範囲内であることがより好ましく、前者/後者=100/0~70/30の範囲内であることがさらに好ましい。

20

#### 【0012】

上記のジアミン単位(b)は、40モル%以下であれば、1, 9-ノナンジアミンおよび2-メチル-1, 8-オクタンジアミン以外の他のジアミン単位を含んでいてもよい。かかる他のジアミン単位としては、例えば、1, 6-ヘキサレンジアミン、1, 7-ヘプタンジアミン、1, 8-オクタンジアミン、1, 10-デカンジアミン、1, 11-ウンデカンジアミン、1, 12-ドデカンジアミン等の直鎖脂肪族ジアミン；2-メチル-1, 5-ペンタンジアミン、3-メチル-1, 5-ペンタンジアミン、2, 2, 4-トリメチル-1, 6-ヘキサレンジアミン、2, 4, 4-トリメチル-1, 6-ヘキサレンジアミン、5-メチル-1, 9-ノナンジアミン等の分岐鎖状脂肪族ジアミン；シクロヘキサレンジアミン、メチルシクロヘキサレンジアミン、イソホロンジアミン、ビス(4-アミノシクロヘキシル)メタン、ノルボルナンジメチルアミン、トリシクロデカンジメチルアミン等の脂環式ジアミン；p-フェニレンジアミン、m-フェニレンジアミン、m-キシレンジアミン、p-キシレンジアミン、4, 4'-ジアミノジフェニルスルホン、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル等の芳香族ジアミンなどから誘導される単位が挙げられ、これらの1種または2種以上を使用することができる。これらのうちでも、1, 6-ヘキサレンジアミン、1, 7-ヘプタンジアミン、1, 8-オクタンジアミン、1, 10-ドデカンジアミン、1, 12-ドデカンジアミンから誘導される単位が好ましい。これらの他のジアミン単位の割合は、40モル%以下であることが好ましく、25モル%以下であることがより好ましく、10モル%以下であることがさらに好ましい。

30

40

#### 【0013】

本発明で使用するポリアミド(A)は、その分子鎖の末端基の10%以上が末端封止剤により封止されていることが好ましい。分子鎖の末端基が末端封止剤によって封止されている割合(末端封止率)は、40%以上であることがより好ましく、60%以上であることがさらに好ましく、70%以上であることが特に好ましい。末端封止率が10%以上のポリアミドを使用すると、熔融安定性、耐熱水性などにより優れたポリアミド組成物が得られる。

#### 【0014】

ポリアミド(A)の末端封止率は、ポリアミドに存在しているカルボキシル基末端、アミノ基末端および末端封止剤によって封止された末端基の数をそれぞれ測定し、下記の式(

50

1) に従って求めることができる。各末端基の数は、<sup>1</sup>H-NMRにより、各末端基に対応する特性シグナルの積分値に基づいて求めるのが精度、簡便さの点で好ましい。

【0015】

末端封止率(%) = [(A - B) / A] × 100 (1)

[式中、Aは分子鎖の末端基の総数(これは通常、ポリアミド分子の数の2倍に等しい)を表し、Bは封止されずに残ったカルボキシル基末端およびアミノ基末端の合計数を表す。]

【0016】

末端封止剤としては、ポリアミド末端のアミノ基またはカルボキシル基との反応性を有する単官能性の化合物であれば特に制限はないが、反応性および封止末端の安定性などの点から、モノカルボン酸またはモノアミンが好ましく、取扱いの容易さなどの点から、モノカルボン酸がより好ましい。その他、酸無水物、モノイソシアネート、モノ酸ハロゲン化物、モノエステル類、モノアルコール類などを使用することもできる。

10

【0017】

末端封止剤として使用されるモノカルボン酸としては、アミノ基との反応性を有するものであれば特に制限はなく、例えば、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カプロン酸、カプリル酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ピバリン酸、イソ酪酸等の脂肪族モノカルボン酸；シクロヘキサジカルボン酸等の脂環式モノカルボン酸；安息香酸、トルイル酸、 $\alpha$ -ナフタレンカルボン酸、 $\beta$ -ナフタレンカルボン酸、メチルナフタレンカルボン酸、フェニル酢酸等の芳香族モノカルボン酸；これらの任意の混合物などを挙げることができる。これらのなかでも、反応性、封止末端の安定性、価格などの点から、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カプロン酸、カプリル酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、安息香酸が好ましい。

20

【0018】

末端封止剤として使用されるモノアミンとしては、カルボキシル基との反応性を有するものであれば特に制限はなく、例えば、メチルアミン、エチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ステアリルアミン、ジメチルアミン、ジエチルアミン、ジプロピルアミン、ジブチルアミン等の脂肪族モノアミン；シクロヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン等の脂環式モノアミン；アニリン、トルイジン、ジフェニルアミン、ナフチルアミン等の芳香族モノアミン；これらの任意の混合物などを挙げることができる。これらのなかでも、反応性、高沸点、封止末端の安定性および価格などの点から、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ステアリルアミン、シクロヘキシルアミン、アニリンが好ましい。

30

【0019】

本発明で使用するポリアミド(A)は、結晶性ポリアミドを製造する方法として知られている任意の方法を用いて製造することができる。例えば、酸クロライドとジアミンを原料とする溶液重合法または界面重合法、ジカルボン酸とジアミンを原料とする熔融重合法、固相重合法、熔融押出重合法などの方法により製造することができる。

【0020】

ポリアミド(A)を製造するに際して、前記の末端封止剤の他に、例えば、触媒として、リン酸、亜リン酸、次亜リン酸、それらの塩またはエステルなどを添加することができる。上記の塩またはエステルとしては、リン酸、亜リン酸または次亜リン酸とカリウム、ナトリウム、マグネシウム、バナジウム、カルシウム、亜鉛、コバルト、マンガン、錫、タングステン、ゲルマニウム、チタン、アンチモン等の金属との塩；リン酸、亜リン酸または次亜リン酸のアンモニウム塩；リン酸、亜リン酸または次亜リン酸のエチルエステル、イソプロピルエステル、ブチルエステル、ヘキシルエステル、イソデシルエステル、オクタデシルエステル、デシルエステル、ステアリルエステル、フェニルエステルなどが挙げられる。

40

【0021】

50

本発明で使用するポリアミド(A)は、濃硫酸中30℃の条件下で測定した極限粘度 $[\eta]$ が、0.4~3.0dl/gの範囲内であることが好ましく、0.6~2.0dl/gの範囲内であることがより好ましく、0.8~1.8dl/gの範囲内であることがさらに好ましい。極限粘度が0.4dl/g未満のポリアミドを使用すると、ポリアミド組成物から得られる成形品の機械的性質が損なわれる傾向があり、3.0dl/gより大きいポリアミドを使用すると、得られるポリアミド組成物の流動性が低下し、成形性が悪化する傾向がある。

#### 【0022】

本発明で使用する酸化チタン(B)としては、例えば、酸化チタン( $TiO$ )、三酸化ニチタン( $Ti_2O_3$ )、二酸化チタン( $TiO_2$ )などが挙げられ、これらのいずれを使用してもよいが、二酸化チタンが好ましい。また、酸化チタン(B)としては、通常、ルチル型の結晶構造を有するものが使用される。

10

#### 【0023】

酸化チタン(B)の平均粒径は、0.1~0.5 $\mu m$ の範囲内であることが必要である。また、酸化チタン(B)の使用量は、ポリアミド(A)100重量部に対して5~100重量部であることが必要である。

酸化チタンの平均粒径と使用量を上記の範囲内とすることにより、白色度が高く、表面反射率の高い成形品を与えるポリアミド組成物を得ることができる。

酸化チタン(B)の平均粒径は、0.15~0.4 $\mu m$ の範囲内であることが好ましく、0.2~0.3 $\mu m$ の範囲内であることがより好ましい。

20

また、酸化チタン(B)の使用量は、ポリアミド(A)100重量部に対して5~70重量部であることが好ましく、10~40重量部であることがより好ましい。

#### 【0024】

酸化チタン(B)として、表面処理を施したものを使用してもよい。表面処理剤としては、例えば、シリカ、アルミナ、酸化亜鉛等の金属酸化物；シランカップリング剤、チタンカップリング剤、有機酸、ポリオール、シリコン等の有機物などが挙げられる。

また、酸化チタンとして、市販されているものを使用することができる。さらには、塊状のものや平均粒径が大きなものを適宜粉砕し、必要に応じて篩い等によって分級して、上記した平均粒径となるようにしたものを使用してもよい。

#### 【0025】

本発明のポリアミド組成物に、さらに繊維状充填剤、針状充填剤からなる群より選ばれる少なくとも1種の強化材(C)を含有させることにより、ポリアミド組成物の成形性をより良好なものとし、ポリアミド組成物から得られる成形品の強度を高めることができる。繊維状充填剤としては、例えば、ガラス繊維、炭素繊維、ホウ素繊維、アラミド繊維、液晶ポリエステル繊維などが挙げられ、針状充填剤としては、例えば、チタン酸カリウムウイスキー、ホウ酸アルミニウムウイスキー、酸化亜鉛ウイスキー、炭酸カルシウムウイスキーなどが挙げられる。強化材(C)としては、高強度、低コストの観点からはガラス繊維が好ましく、表面平滑性の高い成形品が得られる観点からはウイスキーなどの針状充填剤が好ましく、摺動性の良好な成形品が得られる観点からは、アラミド繊維、液晶ポリエステル繊維が好ましい。

30

40

強化材(C)の使用量は、ポリアミド(A)100重量部に対して20~100重量部の範囲内であることが好ましく、25~50重量部の範囲内であることがより好ましい。

#### 【0026】

強化材(C)は、ポリアミド(A)への分散性を高めるため、あるいは、ポリアミド(A)との接着性を高めるために、シランカップリング剤、および/または、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂などで表面処理されていることが好ましい。

#### 【0027】

また、本発明のポリアミド組成物は、上記した強化材(C)の他に、タルク、マイカ、カオリン、クレイ、炭酸カルシウム、シリカ、ホウ酸アルミニウム、モンモリロナイトなどの酸化チタンとは異なる粉末状充填材を含有していてもよい。

50

## 【0028】

本発明のポリアミド組成物には、変色を防止し、光反射率の低下を抑制することを目的として、光安定剤（D）を配合することができる。

光安定剤としては、ベンゾフェノン系化合物、サリチレート系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、アクリロニトリル系化合物、その他の共役系化合物などの紫外線吸収効果のある化合物；金属錯体、ヒンダードアミン系化合物、ヒンダードフェノール系化合物などのラジカル捕捉能力のある化合物等を挙げることができる。特に、ポリアミド（A）への溶解性が高く、耐熱性にも優れていることから、分子内にアミド結合を有する化合物が好ましい。また、紫外線吸収効果のある化合物とラジカル捕捉能力のある化合物を併用すると、より高い安定化効果が現れるので好ましい。

10

光安定剤（D）の使用量は、ポリアミド（A）100重量部に対して2重量部以下とすることが上記した目的および製造コストの点で好ましく、ポリアミド（A）100重量部に対して0.05～2重量部とすることがより好ましい。

## 【0029】

また、本発明のポリアミド組成物には、成形加工時の分子量低下や変色を防ぐ目的で、ヒンダードフェノール系化合物、リン系化合物、イオウ系化合物、その他の酸化防止剤を配合することができる。

## 【0030】

本発明のポリアミド組成物には、成形加工性を向上させる目的で、金属石鹸、高級脂肪族エステル類およびその部分けん化物、低分子量ポリオレフィン化合物、シリコンオイル、フッ素系オイルなどの離型剤を配合することが好ましい。特に、金型離型効果が高く、金属腐食性の小さい低分子量ポリエチレンが好ましく使用できる。

20

## 【0031】

さらに、本発明のポリアミド組成物には、必要に応じて、難燃剤、着色剤、帯電防止剤、可塑剤、結晶核剤等の添加剤、および／またはPA612、PA12などの脂肪族ポリアミド；PPS（ポリフェニレンサルファイド）、PPE（ポリフェニレンエーテル）、LCP（液晶ポリマー）などの他種ポリマーなどを配合することもできる。

## 【0032】

本発明のポリアミド組成物は、上記した各構成成分を、公知の方法に従って配合することによって調製することができる。

30

例えば、▲1▼ポリアミド（A）の重縮合反応時に各成分を添加する方法、▲2▼ポリアミド（A）とその他の成分をドライブレンドする方法、▲3▼押出機を用いて各構成成分を熔融混練する方法などが挙げられる。これらのなかでも操作が容易であること、均一な組成物が得られることなどから、押出機を用いて各構成成分を熔融混練する方法が有利である。この際に用いられる押出機は2軸スクルー型のものが好ましく、熔融混練温度としてはポリアミドの融点より5℃高い温度以上から350℃以下の範囲内であることが好ましい。

## 【0033】

本発明のポリアミド組成物は、目的とする成形品の種類、用途、形状などに応じて、射出成形、押出成形、プレス成形、ブロー成形、カレンダー成形、流延成形などの一般に熱可塑性樹脂組成物に対して用いられる成形方法により、各種の成形品とすることができる。また上記の成形方法を組み合わせた成形方法を採用することもできる。特に、成形の容易さ、量産性、コストなどの面で射出成形が好ましい。

40

また、本発明のポリアミド組成物と他のポリマーとを複合成形することもできる。さらに、本発明のポリアミド組成物を、金属からなる成形体や布帛などと複合化することも可能である。

## 【0034】

本発明のポリアミド組成物から得られる成形品は、例えば、コネクタ、スイッチ、リレー、プリント配線板等の電子部品、ランプリフレクタ等の反射鏡、ギヤ、カム等のような摺動部品、エアインテークマニホールドなどの自動車部品、流し台などの水回り部品、種々

50



の装飾部品、あるいは、フィルム、シート、繊維などの種々の用途に用いることができる。

本発明のポリアミド組成物は、成形方法にもよるが、白色度が高く、表面反射率に優れた成形品を与える。本発明のポリアミド組成物から得られる成形品の白色度（ハンター式）は、通常92以上、好ましくは94以上である。また、本発明のポリアミド組成物から得られる成形品は、耐熱性に優れるとともに、実際の使用環境下での光安定性に優れている。従って、本発明のポリアミド組成物から得られる成形品は、光を反射する機能を有する部品、例えば、LED、照明器具などのリフレクタとして好適に使用することができる。

#### 【0035】

##### 【実施例】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により何ら限定されるものではない。

なお、以下の実施例および比較例において、表面平滑性、色調、色調の変化およびハンダ耐熱性は以下の方法により測定または評価した。

#### 【0036】

表面平滑性：

ポリアミド組成物の融点よりも約20℃高い温度で射出成形（金型温度：140℃）を行い、厚さ2mm、幅40mm、長さ100mmの板を作製した。この板を用いて、表面粗さ測定器〔（株）小坂研究所製、「SE-30D」〕により平均表面粗さ〔Ra（μm）〕を測定した。

#### 【0037】

色調：

ポリアミド組成物の融点よりも約20℃高い温度で射出成形（金型温度：140℃）を行い、厚さ2mm、幅40mm、長さ100mmの板を作製した。この板を使用し、SMカラーコンピューター（スガ試験機（株）製）を用いて、JIS Z 8730に規定されるハンターの色差式による明度（L値）、赤色度（a値）および黄色度（b値）を求めた。また、以下の式に従って、白色度（ハンター式）を算出した。

$$W = 100 - [(100 - L)^2 + a^2 + b^2]^{1/2}$$

白色度の値が大きいほど、光の表面反射率も高くなる。

#### 【0038】

色調の変化：

ポリアミド組成物の融点よりも約20℃高い温度で射出成形（金型温度：140℃）を行い、厚さ2mm、幅40mm、長さ100mmの板を作製した。この板に対し、i) 170℃の熱風乾燥機中で2時間の加熱、または、ii) 紫外線照射装置〔東芝ライテック製、「トスキュア401」〕により室温下、空气中で24時間の紫外線照射を施した。加熱処理後または紫外線照射後の板の明度（L値）を上記した方法で測定し、加熱処理前または紫外線照射前の明度（L値）との差（ΔL）を求めた。この値が小さいほど色調変化が少ないことを示す。

#### 【0039】

ハンダ耐熱性：

ポリアミド組成物の融点よりも約20℃高い温度で射出成形を行い、厚さ0.5mm、幅10mm、長さ30mmの板（試験片）を作製した。この板を40℃、95%RH（相対湿度）の雰囲気中に100時間放置した。この試験片を赤外線加熱炉中で150℃で1分間加熱し、次いで100℃/分の速度で昇温し、板に変形や膨れが発生した温度をハンダ耐熱性の指標とした。

#### 【0040】

また、以下の実施例および比較例では、下記のものを使用した。

〔ポリアミド〕

PA9T：

特開平7-228689号公報の実施例1に記載された方法に従って調製した、テレフタ

10

20

30

40

50

ル酸単位と、1, 9-ノナンジアミン単位および2-メチル-1, 8オクタンジアミン単位(1, 9-ノナンジアミン単位: 2-メチル-1, 8オクタンジアミン単位のモル比が80:20)からなる、極限粘度 $[\eta]$ (濃硫酸中、30℃で測定)が0.9 dl/g、融点が302℃、末端封止率が77%(末端封止剤: 安息香酸)であるポリアミド。

#### PA6T:

特開平7-228689号公報の比較例3に記載された方法に従って調製した、テレフタル酸単位およびイソフタル酸単位〔テレフタル酸単位: イソフタル酸単位=70:30(モル比)〕と1, 6-ヘキサレンジアミン単位からなる、極限粘度 $[\eta]$ (濃硫酸中、30℃で測定)が1.0 dl/g、融点が320℃、末端封止率が42%(末端封止剤: 安息香酸)であるポリアミド。

10

#### PA46:

DSM(株)社製、「TW300」(商品名)

#### 【0041】

〔酸化チタン〕

a: 石原産業(株)社製、「タイペークCR-63」(商品名; 平均粒径0.2 μm)

〔強化材〕

b: 日東紡績(株)社製、「CS-3J-324」(商品名; ガラス繊維)

c: 四国化成(株)社製、「アルボレックス YS3A」(商品名; ホウ酸アルミニウムウイスキー)

d: 宇部マテリアルズ(株)社製、「ゾノハイジ」〔商品名; ゾノトライト(珪酸カルシウムウイスキー)〕

20

〔光安定剤〕

e: クラリアントジャパン(株)社製、「ナイロスタブS-EED」(商品名; 2-エチル-2'-エトキシ-オキザルアニリド)

f: クラリアントジャパン(株)社製、「サンデュボアVSU」〔商品名; 1, 3-ベンゼンジカルボキサミド-N, N'-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)〕

〔離型剤〕

g: 三井化学(株)社、製「ハイワックス200P」(商品名; 低分子量ポリエチレン)

30

#### 【0042】

実施例1~5および比較例1~3

表1に示すポリアミドを減圧下、120℃で24時間乾燥した後、表1に示す量の酸化チタン、光安定剤および離型剤とドライブレンドし、得られた混合物を2軸押出機(スクリュー径: 30mm、L/D=28、シリンダー温度320℃、回転数150rpm)のホッパーからフィードして、同時に、サイドフィーダーより表1に示す量の強化材を添加して熔融混練し、ストランド状に押出した後、ペレタイザにより切断してペレット状のポリアミド組成物を得た。得られたポリアミド組成物を使用し、前記した方法に従って所定形状の試験片を作製し、各種物性を評価した。結果を表1に示す。

#### 【0043】

40

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 1	比較例 2	比較例 3
ポリアミド (重量部)								
PA9T	100	100	100	100	100	100		
PA6T							100	100
PA46								
酸化チタン (重量部)								
a	15	33	15	40	15	3	15	15
強化材 (重量部)								
b	30	30		60		25	30	30
c			30					
d								
光安定剤 (重量部)								
e	0.3	0.3	0.3		0.3	0.3	0.3	0.3
f		0.3	0.3		0.3	0.3	0.3	0.3
離型剤 (重量部)								
g	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
平均表面粗さ ( $\mu\text{m}$ )	0.1	0.02	0.02	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
色調								
L 値	94.5	96.3	95.2	96.8	93.0	89.0	93.4	94.0
a 値	-1.0	-0.9	-1.1	-1.0	-1.0	-1.2	-1.3	-0.9
b 値	2.3	2.2	2.4	2.3	2.2	2.7	4.3	3.8
白色度 (W)	94.0	95.6	94.5	95.9	92.5	88.6	92.0	92.8
色調変化 加熱処理	1.0	0.2	0.2	0.3	0.2	12	15	8.1
( $\Delta L$ ) 紫外線照射	2.1	1.1	1.0	1.7	1.1	13	3.3	3.1
ハンダ耐熱性 ( $^{\circ}\text{C}$ )	265	270	265	270	250	265	<240	255

【0044】

【発明の効果】

本発明によれば、白色度が高く、表面反射率が高い成形品を与えるポリアミド組成物が提供される。

10

20

30

40